

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

EP 1 207 164 A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
22.05.2002 Bulletin 2002/21

(51) Int Cl.7: C07H 15/04

(21) Numéro de dépôt: 01402935.9

(22) Date de dépôt: 15.11.2001

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

- Jorgenson, Mike  
Quincy, Adams, Illinois (US)
- Moser, Ben  
Keokuk, Lee, Iowa 52632 (US)
- Parady, Tom  
Hamilton, Hancock, Illinois 62341 (US)
- Ribadeau-Dumas, Guillaume  
59237 Verlinghem (FR)

(30) Priorité: 15.11.2000 US 713539

(71) Demandeur: Roquette Frères  
62136 Lestrem (FR)

(74) Mandataire: BoulInguez, Didier  
Cabinet Plasseraud  
84, rue d'Amsterdam  
75440 Paris Cedex 09 (FR)

(72) Inventeurs:  
• Beauregard, Guy  
Keokuk, Lee, Iowa 52632 (US)

(54) Procédé de production d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol, comprenant le mélange continu d'un sirop de maltitol ayant une teneur en matière sèche d'au moins 70% en poids et une teneur en maltitol d'au moins 85% en poids sur la base de la matière sèche, le mélange étant effectué en dispersant simultanément le sirop de maltitol et des germes contenant du maltitol dans un récipient rotatif ouvert contenant des granulés à base de

maltitol, ce par quoi le sirop de maltitol et les germes contenant du maltitol sont mélangés à la surface des granulés à base de maltitol contenus dans le récipient, la récupération des granulés à base de maltitol depuis le récipient et la cristallisation du maltitol contenu dans lesdits granulés, les granulés à base de maltitol dans le récipient étant maintenus en mouvement par la rotation du récipient.

EP 1 207 164 A2

## Description

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication continue d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol.

[0002] Le maltitol est le résultat de l'hydrogénation du maltose.

[0003] On sait déjà comment fabriquer du maltitol cristallisé, par exemple en induisant la cristallisation dudit maltitol dans un sirop suffisamment riche en ce produit et suffisamment purifié.

[0004] Les diverses méthodes de la technique antérieure de préparation de cristaux anhydres de maltitol ou d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol comportent la méthode de séparation de mélasses, la méthode de séchage par pulvérisation, la méthode de granulation de fluide ou la méthode de désintégration de blocs.

[0005] Cependant, toutes les méthodes ci-dessus présentent un désavantage en ce qu'il est difficile de rendre l'appareillage simple et continu à cause de la longue durée nécessaire à la maturation des cristaux.

[0006] US 5 304 388 concerne une méthode de fabrication d'un maltitol cristallin poudreux ou granulé.

[0007] Plus précisément, la méthode comprend l'addition de germes cristallins de maltitol à une température inférieure au point de fusion desdits germes cristallins de maltitol dans une solution aqueuse de maltitol ayant 1-15% en poids d'humidité.

[0008] Cependant, ce procédé nécessite une étape de pétrissage du mélange en présence ou en absence d'additifs choisis parmi le groupe constitué par des matières grasses, une huile et un agent tensioactif, et particulièrement, il rend critique l'étape d'une application continue d'une force de cisaillement à la masse pétrie.

[0009] US 5 583 215 concerne un solide de mélange cristallin contenant du maltitol et un procédé de production de celui-ci.

[0010] Le procédé nécessite la fourniture d'une solution aqueuse de maltitol à un extrudeur prévu avec des zones de refroidissement et de pétrissage allongées, le refroidissement et le pétrissage de la solution aqueuse de maltitol en présence de germes cristallins pour former un magma de maltitol, et l'extrusion continue dudit magma depuis une buse.

[0011] Cependant, le procédé présente le désavantage de nécessiter l'utilisation d'une solution aqueuse de maltitol ayant une concentration dans la plage de 80 à 98% en poids et une teneur en maltitol dans le composant solide dans la plage de 80 à 99% en poids qui doit être fournie à l'extrudeur équipé de quatre zones successives dont les températures sont précisément contrôlées.

[0012] EP 937 733 se concentre sur la réalisation d'améliorations de ces méthodes pour la production continue de mélasses de maltitol contenant des cristaux.

[0013] Il décrit une méthode de fabrication comprenant la fourniture continue d'une solution aqueuse de maltitol à un extrudeur ayant une mince zone de pétrissage et de refroidissement, sa soumission à un refroidissement et à un pétrissage continus en présence de germes cristallins pour produire un magma de maltitol qui est extrudé continuellement depuis une buse.

[0014] Des étapes ultérieures de désintégration grossière, de maturation, de séchage, etc., sont également mentionnées dans le cadre de la production d'un produit final poudreux.

[0015] Cependant, dans ce procédé, le refroidissement est utilisé pour effectuer la cristallisation en augmentant le degré de sursaturation de la solution. Il est donc nécessaire de réduire la viscosité en chauffant la solution ayant une forte concentration en maltitol à une température élevée afin que les germes cristallins soient dispersés de façon homogène en une courte durée.

[0016] Ce procédé présente le désavantage d'absorber énormément d'énergie car il nécessite la formation d'une « masse cuite », c'est-à-dire, une substance sursaturée contenant des germes cristallins, ayant une concentration élevée en maltitol, jusqu'à 98% poids/poids de maltitol, et une viscosité qui est abaissée par la fourniture de chauffage à température élevée par un appareil de chauffage au moyen d'une chemise utilisant une vapeur d'eau à environ 110°C et à une pression de 142 kPa.

[0017] Il est également nécessaire d'utiliser cet appareil de chauffage particulier pour empêcher la détérioration d'une capacité de mélange et de dispersion résultant d'une augmentation de la viscosité due à un abaissement de la température et il est critique de conserver une faible viscosité afin de disperser et de mélanger les germes cristallins en une durée limitée.

[0018] D'autre part, le procédé nécessite une autre étape de désintégration pendant la cristallisation qui rend le procédé plus complexe et prend beaucoup de temps.

[0019] De plus, toutes les méthodes connues dans la technique antérieure présentent le désavantage d'être onéreuses, complexes et de prendre beaucoup de temps.

[0020] L'invention a comme but particulier de fournir un procédé de fabrication d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol qui sont moins sensibles aux désavantages susmentionnés et qui permet d'obtenir efficacement une poudre contenant des particules cristallines de maltitol ayant des propriétés désirables.

[0021] Selon la présente invention, on fournit un procédé de fabrication de particules cristallines de maltitol qui ne

nécessite pas une très forte concentration de maltitol ou aucun effort entrepris pour contrôler ou mesurer précisément la température pendant l'étape de granulation/cristallisation.

[0022] De plus, le procédé de l'invention n'implique pas de formation de masse cuite, ni l'application d'une force de cisaillement ou de pétrissage, reposant plutôt simplement sur un revêtement, une agglomération et une induction de la cristallisation concurrents en permettant au mélange aggloméré de mûrir à une température inférieure au point de fusion du maltitol, pour former des granules solides.

[0023] Selon la présente invention, on fournit un procédé de fabrication d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol, comprenant le mélange continu d'un sirop de maltitol ayant une teneur en matière sèche d'au moins 70% en poids et une teneur en maltitol d'au moins 85% en poids sur la base de la matière sèche, le mélange étant effectué en dispersant simultanément le sirop de maltitol et des germes contenant du maltitol dans un récipient rotatif ouvert contenant des granules à base de maltitol, ce par quoi le sirop de maltitol et les germes contenant du maltitol sont mélangés à la surface des granules à base de maltitol contenus dans le récipient, la récupération des granules à base de maltitol depuis le récipient et la cristallisation du maltitol contenu dans lesdits granules, les granules à base de maltitol dans le récipient étant maintenus en mouvement par la rotation du récipient.

[0024] Lors de la réalisation du procédé de l'invention, le sirop de maltitol est introduit de préférence dans le récipient sous une forme subdivisée par exemple sous forme de gouttes ou de globules, de jets ou de faisceaux de jets.

[0025] Selon une méthode préférée de réalisation du procédé susmentionné, un sirop de maltitol, ayant une teneur en matière sèche d'au moins 85% en poids, est porté à une température d'au moins 80°C et est mélangé continuellement dans un récipient avec des germes contenant du maltitol, le rapport germes/sirop, les dimensions, l'orientation de l'axe de rotation et la vitesse de rotation du récipient étant choisis de telle façon que le produit récupéré depuis le récipient apparait sous la forme de granules d'un diamètre moyen d'environ 500 à 10 000 µm.

[0026] Le procédé de l'invention peut être réalisé dans un appareil comprenant un récipient rotatif ouvert, avec un axe de rotation pouvant être incliné horizontalement, un moyen d'apporter à une zone située à l'intérieur du récipient, au-dessus de la masse qui le remplit partiellement, et d'y disperser une partie de sirop de maltitol, de préférence subdivisée en les formes mentionnées ci-dessus et quelques germes contenant du maltitol, et un moyen d'assurer le mélange du sirop de maltitol et des germes contenant du maltitol à la surface de la masse en mouvement remplissant partiellement le récipient.

[0027] Les granules à base de maltitol sont récupérés de préférence par débordement à la sortie du récipient et peuvent être mûris pour augmenter leur cristallinité par le transfert des granules dans un cylindre rotatif de caractéristiques dimensionnelles telles que la durée du séjour des granules provenant du récipient est suffisante pour assurer la cristallisation du maltitol. Les granules peuvent ensuite être transférés dans un séchoir pour diminuer l'humidité résiduelle et ensuite dans un moyen de broyage et de criblage.

[0028] Lors de la réalisation de procédé de l'invention, un sirop de maltitol, du type disponible dans le commerce, c'est-à-dire pouvant contenir d'autres polyalcools tels que le sorbitol, et dont la matière sèche est d'au moins 70%, et ayant une teneur en maltitol d'au moins 85% sur la base de la matière sèche, est dispersé à une température d'environ 80°C à l'intérieur d'un récipient rotatif ouvert sous forme d'un réservoir ou d'un tambour ouvert ayant un fond essentiellement plat, dont l'axe de rotation peut être incliné sur un plan horizontal d'un angle de 25 à 45°.

[0029] Une buse atomisation d'air a été avantageusement utilisée pour pulvériser le sirop aqueux sur le lit rotatif de matériaux de germes contenant du maltitol, dans le granulater à échelle pilote.

[0030] En ce qui concerne le transfert des germes contenant du maltitol dans le mélange susmentionné et dont les particules constitutives servent de germes contenant du maltitol cristallisé, on préfère une taille de particules d'environ 100 µm.

[0031] Le rapport pondéral dans le mélange constitué de germes contenant du maltitol et de sirop de maltitol est d'environ 4/1.

[0032] Le mélange est effectué à la surface de la masse en mouvement remplissant partiellement le récipient ; le mouvement en question rappelle une masse de pilules à l'intérieur d'une machine de fabrication de pilules, et on a constaté que des granules qui sont de plus en plus gros sont formés, les granules les plus grands ayant tendance à venir à la surface de la masse en mouvement.

[0033] Les granules de maltitol ainsi obtenus sont ensuite mûris pour augmenter leur cristallinité.

[0034] Cette étape de maturation peut être réalisée en conservant les granules en mouvement à une température inférieure au point de fusion des granules, préférentiellement à une température de 5 à 90°C, pendant de 1 à 20 heures dans un courant d'air.

[0035] Le produit granulé est ensuite séché afin d'obtenir une humidité résiduelle non supérieure à environ 2%.

[0036] Les granules peuvent ensuite être broyés jusqu'à la taille de particules requise et ensuite triés par criblage ; les particules éliminées par criblage peuvent ensuite être avantageusement recyclées vers le récipient susmentionné pour une utilisation comme germes contenant du maltitol.

[0037] Les poudres résultantes contenant des particules cristallines de maltitol sont caractérisées par le fait qu'elles présentent une vitesse de solubilisation dans l'eau, selon le test A, inférieure à 3 min.

[0038] Afin de mesurer la première caractéristique de la poudre contenant des particules cristallines de maltitol selon l'invention, à savoir le temps de solubilisation, on réalisera le test A. Le test A consiste à introduire, dans 500 ml d'eau déminéralisée et dégazée, maintenue à 37°C, et soumise à une agitation à 100 rpm, exactement 5 g d'une section de

taille de particules de 75 µm à 150 µm du produit à tester.

[0039] Le temps de solubilisation correspond au temps nécessaire, après introduction de la section de taille de particules, pour l'obtention d'une clarté visuelle parfaite du mélange ainsi préparé.

[0040] Dans ces conditions, la poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention a généralement une vitesse de solubilisation inférieure à 3 min. Le produit préféré se solubilise en moins de 2,0 min.

[0041] Ces temps sont inférieurs à ceux obtenus avec d'autres poudres de maltitol actuellement commercialisées.

[0042] Une deuxième propriété très avantageuse est que la poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention présente une valeur de compression, selon le test B, qui est jusqu'à environ 500 N.

[0043] Le test B consiste à mesurer la dureté, exprimée en Newtons, d'un échantillon de comprimé produit sur une Presse Carver par une charge de 18 kNewtons appliquée à une matrice annulaire Carver n° 3619 de 13 mm pour obtenir un comprimé contenant approximativement 0,9 g de poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention et 1% de stéarate de magnésium.

[0044] La dureté du comprimé est déterminée dans un testeur de comprimés du Dr SCHLEUNIGER PHARMATRON modèle 6D.

[0045] Les résultats montrent que la poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention présente une valeur de dureté élevée.

[0046] Afin de mesurer la gravité spécifique apparente de la poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention, on réalisera le test C.

[0047] Le test C consiste à verser approximativement 250 ml de matériau ayant une section de taille de particules de 300 µm à 850 µm dans une éprouvette graduée de 250 ml, et les valeurs de gravité spécifique apparente sont calculées en divisant le poids du matériau par son volume mesuré.

[0048] Les performances de la poudre contenant des particules cristallines de maltitol conforme à l'invention sont évaluées dans des biscuits secs sablés sans sucre, dans des biscuits secs sans sucre au gruau d'avoine amoullés et dans du chewing-gum.

[0049] Les exemples suivants illustrent la préparation de la poudre contenant des particules cristallines de maltitol par l'utilisation du procédé selon l'invention.

#### Exemple 1

[0050] Une solution ayant une teneur d'environ 89,9% en maltitol sur la base de la matière sèche est placée dans un récipient d'évaporation pour obtenir un sirop de maltitol ayant une teneur en matière sèche d'environ 90%.

[0051] Ce sirop de maltitol est placé dans un réservoir de stockage à une température d'environ 115°C, à partir duquel il est continuellement prélevé au moyen d'une pompe qui assure sa dispersion sous forme de globules au moyen d'une buse.

[0052] Simultanément à la dispersion dudit sirop de maltitol, on introduit continuellement du matériau de germes supplémentaire dans le granulateur à échelle pilote pour réaliser un rapport pondéral de germes/sirop d'environ 4 parties de germes pour 1 partie de sirop de maltitol.

[0053] Les germes sont obtenus par le recyclage continu d'une fraction du matériau solidifié étant produit. Des particules d'un solide de maltitol cristallin quelconque peuvent être utilisées pour fournir des germes pour la granulation initiale.

[0054] Aucun effort particulier n'est entrepris pour contrôler la température du granulateur.

[0055] Le granulateur tourne à une vitesse d'environ 6,5 tours par minute, son inclinaison étant de 30°, ce qui permet d'obtenir des granules ayant un diamètre moyen d'environ 500 µm à 10 000 µm.

[0056] Après cette étape de granulation, lesdits granules sont maturés par l'achèvement de la cristallisation dans un dispositif de maturation (tambour rotatif allongé).

[0057] Les granules maturés ainsi obtenus sont soumis à un broyage grossier et séchés dans un lit fluidisé en utilisant de l'air à environ 90°C.

[0058] Après le séchage, ils apparaissent sous la forme d'une poudre contenant environ 1,8% d'humidité résiduelle.

[0059] A la sortie du transporteur à rouleaux du lit fluidisé, la poudre séchée est conduite à une installation classique de broyage.

[0060] La poudre séchée est ensuite criblée et une partie en est recyclée comme germes contenant du maltitol vers le granulateur.

[0061] La poudre restante est la poudre contenant des particules cristallines de maltitol selon l'invention.

[0062] La vitesse de solubilisation, telle que mesurée selon le test A, est de 1 minute et 50 secondes, et la valeur de dureté déterminée selon le test B est de 470 N.

[0063] La gravité spécifique apparente, telle que mesurée selon le test C, est de 0,602 g/ml.

#### Exemple 2

5 [0064] Les performances de la poudre contenant des particules cristallines de maltitol de l'Exemple 1 ont été évaluées dans des biscuits secs sablés sans sucre et dans des biscuits secs sans sucre au gruau d'avoine emmoulés.

[0065] MALTISORB® P200 commercialisé par ROQUETTE FRERES et AMALTY® MR-50 de chez TOWA ont été utilisés pour produire des exemples comparatifs. Les ingrédients des biscuits secs sablés sans sucre et des biscuits secs sans sucre au gruau d'avoine sont les suivants.

10

BISCUITS SECS SABLES SANS SUCRE	
INGREDIENT	Pourcentage
Maltitol	18,00
Matière Grasse (ADM Cookie Bake)	21,70
Sel	0,50
Bicarbonate de Soude	0,16
Arôme Vanille (Massey Bourbon)	0,30
Oeuf Entier	0,67
Sorbitol P 110	2,00
Levure Chimique	0,04
Arôme Naturel de Beurre (Bell Flavors OS)	0,04
Colorant Caramel	0,06
Eau	8,00
Farine de Pâtisserie (Con Agra)	48,53
	100,00

15

20

25

30

Le mode opératoire est le suivant :

35

Malaxer le Sorbitol, le Maltitol, la Matière grasse, le Sel, le Bicarbonate de Soude, l'Arôme, l'Oeuf et la Levure Chimique à faible vitesse pendant 2 min.

Ajouter l'arôme de Beurre, le Colorant et l'eau. Pétrir pendant 1 min à faible vitesse.

Ajouter la farine et pétrir pendant 1 min à faible vitesse.

40

Cuire à 425°F pendant 9 min.

45

50

55

BISCUITS SECS AU GRUAU D'AVOINE SANS SUCRE	
INGREDIENT	Pourcentage
Maltitol	18,60
Matière Grasse « Cookie Bake »	16,00
Oeufs	0,50
Arôme Vanille (Massey Bourbon)	0,16
Bicarbonate de Soude	0,36
Cannelle	0,21
Sel	0,20
Arôme de Sucre Brun	0,17
Neosorb Sorbitol P 110	6,80

(suite)

BISCUITS SECS AU GRUAU D'AVOINE SANS SUCRE	
INGREDIENT	Pourcentage
Avoine « Quick » [Avoine partiellement broyée]	20,40
Farine de Pâtisserie (Con Agra)	29,09
Eau	7,51
	100,00

Le mode opératoire est le suivant :

Malaxer le maltitol, le sorbitol, la matière grasse, le sel, le bicarbonate de soude et l'oeuf à faible vitesse pendant 2 min.

Ajouter la moitié du mélange de sucre brun et de l'arôme vanille et de l'eau. Pétrir pendant 1 min à faible vitesse.

Ajouter la farine, l'avoine et le reste du mélange d'eau et pétrir pendant 1 min à faible vitesse.

Préparer des lots de 22 - 23 g par biscuit sec et cuire à 425°F pendant 9 min.

[0066] Dans les biscuits secs sablés et au gruau d'avoine, la poudre contenant des particules cristallines de maltitol de l'invention a présenté une solubilisation plus rapide, qui a permis une réduction du temps de pétrissage depuis un total de 6 min à 4 min.

[0067] Dans la recette de sablés, la texture de la pâte issue de ce mode opératoire était comparable à celle d'une pâte faite avec MALTISORB® P200 et a été facilement transformée dans un procédé de moulage pour former des biscuits secs de forme et de taille désirées. Les biscuits secs au gruau d'avoine faits avec la poudre contenant des particules cristallines de maltitol de l'invention ont également nécessité moins de temps de pétrissage pour atteindre la même consistance typique de biscuits secs emmoulés ou coupés au fil.

[0068] Aucune modification des conditions de cuisson pour l'un ou l'autre des types de biscuit sec n'a été faite ou n'a été nécessaire. Les biscuits secs faits avec la poudre contenant des particules cristallines de maltitol de l'invention sont plus légers que des biscuits secs sans sucre comparables faits avec MALTISORB® P200 et AMALTY® R50.

[0069] Lors d'un stockage prolongé, les biscuits secs faits avec la poudre contenant des particules cristallines de maltitol de l'invention sont restés plus mous que les biscuits secs témoins faits avec MALTISORB® P200 et AMALTY® R50, une caractéristique désirée pour des produits ayant une longue durée de conservation.

### Exemple 3

[0070] Des compositions de chewing-gum aromatisé ont été préparées selon les deux formulations de base ci-dessous, dans lesquelles le maltitol utilisé est soit des particules cristallines de maltitol selon l'invention (composition A), ayant un diamètre moyen de taille de particules de 250 µm, soit du MALTISORB® P35, commercialisé par la Société Demanderesse (composition B), ayant un diamètre moyen de taille de particules de 35 µm (taille de particules recommandée pour la fabrication de chewing-gum).

	Composition A	Composition B
	Pourcentage	Pourcentage
Base de gomme HORIZON® (CAFOSA GUM SIA)	25	25
MALTISORB® P35	60,8	
Particules cristallines de maltitol de l'invention		60,8
LYCASIN® 80/55 concentré (85%) commercialisé par la Société Demanderesse	12	12
Arôme naturel de menthe (Silesia)	2,2	2,2
	100,0	100,0

[0071] La base de gomme et la moitié soit des particules cristallines de maltitol selon l'invention, soit du MALTISORB® P35, sont introduites dans un mélangeur-malaxeur équipé de deux bras en Z et d'une chemise, maintenu à

une température de 50°C par de l'eau circulant dans la chemise.

[0072] Après malaxage de la base de gomme pendant environ 3 minutes, environ la moitié du LYCASIN® 80/55 est ajoutée et pétrie intimement avec la base de gomme.

[0073] Le mélange est malaxé continuellement pendant 3 minutes, suivi par l'addition de la quantité restante soit des particules cristallines de maltitol selon l'invention, soit du MALTISORB® P35.

[0074] Après environ 6 minutes de malaxage supplémentaire, on ajoute la quantité restante du LYCASIN® 80/55.

[0075] Enfin, après malaxage pendant 4 minutes, on introduit l'arôme de menthe.

[0076] On continue le malaxage pendant encore 1 minute de manière à obtenir une pâte homogène.

[0077] Cette pâte est ensuite retirée du pétrin mécanique, laminée et découpée en bâtonnets de 5 millimètres d'épaisseur.

## 1. Mesure de la dureté

[0078] On a établi la comparaison, pour les deux compositions de chewing-gum, entre la dureté de bâtonnets de 5 millimètres d'épaisseur, âgés de 8 jours et conservés à une humidité de 50% à 20°C, par pénétrométrie en utilisant une machine de marque INSTRON®.

[0079] Les résultats moyens de dureté (valeurs moyennes pour dix bâtonnets) étaient comme suit :

Composition A : 63,7 N

Composition B : 73,6 N

On observe que la composition de chewing-gum A est légèrement plus molle que la composition B.

## 2. Evaluation du goût

[0080] Dans un test en aveugle, on a demandé à un panel de 25 personnes de classer les trois compositions de chewing-gum de 0 à 4 par ordre de préférence (note 0 pour le produit considéré comme ayant le goût le moins bon et note 4 pour le produit préféré).

[0081] Une troisième composition (composition C) a été faite avec du MALTISORB® P200 (ayant une taille de particules de maltitol du même ordre de grandeur que les particules cristallines de maltitol selon l'invention) de manière semblable aux compositions A et B.

[0082] Ces notes ont ensuite été associées et interprétées, en prenant en compte les commentaires de chaque panéliste.

[0083] La composition C a obtenu la note la plus basse.

[0084] Ceci est expliqué par la texture « sableuse » des bâtonnets, en comparaison avec ceux fabriqués avec les compositions A et B.

[0085] Ce goût sableux pouvait être expliqué par la granulométrie de MALTISORB® P200, utilisé comme ingrédient dans la composition C.

[0086] De manière surprenante, les bâtonnets faits avec la composition A, ayant une taille de particules de maltitol de valeur semblable à celle du MALTISORB® P200, sont d'un goût équivalent à celui de bâtonnets faits avec la composition B.

[0087] La composition préférée A a un goût non sableux, est très moelleuse en bouche, et a obtenu des notes comprises entre 3,5 et 3,8, qui sont remarquables.

[0088] La conclusion est que les particules cristallines de maltitol selon l'invention sont particulièrement adaptées à la fabrication du chewing-gum.

## Revendications

1. Procédé de fabrication d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol, comprenant le mélange continu d'un sirop de maltitol ayant une teneur en matière sèche d'au moins 70% en poids et une teneur en maltitol d'au moins 85% en poids sur la base de la matière sèche, le mélange étant effectué en dispersant simultanément le sirop de maltitol et des germes contenant du maltitol dans un récipient rotatif ouvert contenant des granulés à base de maltitol, ce par quoi le sirop de maltitol et les germes contenant du maltitol sont mélangés à la surface des granulés à base de maltitol contenus dans le récipient, la récupération des granulés à base de maltitol depuis le récipient et la cristallisation du maltitol contenu dans lesdits granulés, les granulés à base de maltitol dans le récipient étant maintenus en mouvement par la rotation du récipient.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le sirop de maltitol est introduit dans le récipient sous forme subdi-

visée.

3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel le sirop de maltitol est introduit sous forme de gouttes.
- 5 4. Procédé selon la revendication 2, dans lequel le sirop de maltitol est introduit sous forme de jets.
5. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'axe de rotation du récipient est incliné par rapport à l'horizontale.
6. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les granulés à base de maltitol sont récupérés par débordement à la sortie du récipient.
- 10 7. Procédé selon la revendication 1, dans lequel des granulés d'un diamètre de 150 à 10 000  $\mu\text{m}$  sont récupérés.
8. Procédé selon la revendication 1, dans lequel un sirop de maltitol, ayant une teneur en matière sèche d'au moins 90% en poids, est porté à une température d'au moins 80°C et est mélangé continuellement avec des germes contenant du maltitol, le rapport germes/sirop, les dimensions, l'orientation de l'axe de rotation et la vitesse de rotation du récipient étant choisis de telle façon que le produit récupéré depuis le récipient apparaît sous la forme de granulés ayant un diamètre de 150 à 10 000  $\mu\text{m}$ .
- 20 9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel le rapport germes/sirop n'est pas supérieur à environ 4/1.
10. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le récipient est sous la forme d'un réservoir ou d'un tambour ouvert ayant un fond essentiellement plat.
- 25 11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel l'axe de rotation du récipient fait un angle de 25 à 45° par rapport à l'horizontale.
12. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les granulés de maltitol récupérés sont mûrés afin d'augmenter leur cristallinité en maintenant les granulés à une température de 5 à 90°C pendant de 1 à 20 heures tout en maintenant les granulés en mouvement dans un courant d'air.
- 30 13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel les granulés de maltitol mûrés récupérés sont broyés et séchés afin d'obtenir une humidité résiduelle non supérieure à environ 2%.
- 35 14. Poudre contenant des particules cristallines de maltitol pouvant être obtenue par un procédé selon la revendication 1.
15. Poudre contenant des particules cristallines de maltitol selon la revendication 14, présentant une vitesse de solubilisation dans l'eau, selon un test A, inférieure à 3 min.
- 40 16. Poudre contenant des particules cristallines de maltitol selon la revendication 14, présentant une valeur de dureté, selon un test B, jusqu'à 500 N.
17. Poudre contenant des particules cristallines de maltitol selon la revendication 14, présentant une gravité spécifique apparente, déterminée selon un test C, comprise entre 0,550 et 0,650 g/ml.
- 45 18. Procédé de fabrication de comprimés par l'utilisation d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol pouvant être obtenue par un procédé selon la revendication 1.
- 50 19. Procédé de fabrication de produits de cuisson par l'utilisation d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol pouvant être obtenue par un procédé selon la revendication 1.
20. Procédé de fabrication de chewing-gum par l'utilisation d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol pouvant être obtenue par un procédé selon la revendication 1.

55





(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(88) Date de publication A3:  
25.09.2002 Bulletin 2002/39

(51) Int Cl.7: C07H 15/04, A23G 3/00

(43) Date de publication A2:  
22.05.2002 Bulletin 2002/21

(21) Numéro de dépôt: 01402935.9

(22) Date de dépôt: 15.11.2001

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

- Jorgenson, Mike  
Quincy, Adams, Illinois (US)
- Moser, Ben  
Keokuk, Lee, Iowa 52632 (US)
- Parady, Tom  
Hamilton, Hancock, Illinois 62341 (US)
- Ribadeau-Dumas, Guillaume  
59237 Verlinghem (FR)

(30) Priorité: 15.11.2000 US 713539

(71) Demandeur: Roquette Frères  
82138 Lestrem (FR)

(74) Mandataire: Boulinguez, Didier  
Cabinet Plasseraud  
84, rue d'Amsterdam  
75440 Paris Cedex 09 (FR)

(72) Inventeurs:  
• Beauregard, Guy  
Keokuk, Lee, Iowa 52632 (US)

(54) Procédé de production d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication d'une poudre contenant des particules cristallines de maltitol, comprenant le mélange continu d'un sirop de maltitol ayant une teneur en matière sèche d'au moins 70% en poids et une teneur en maltitol d'au moins 85% en poids sur la base de la matière sèche, le mélange étant effectué en dispersant simultanément le sirop de maltitol et des germes contenant du maltitol dans un récipient rotatif ouvert contenant des granulés à base de

maltitol, ce par quoi le sirop de maltitol et les germes contenant du maltitol sont mélangés à la surface des granulés à base de maltitol contenus dans le récipient, la récupération des granulés à base de maltitol depuis le récipient et la cristallisation du maltitol contenu dans lesdits granulés, les granulés à base de maltitol dans le récipient étant maintenus en mouvement par la rotation du récipient.



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 01 40 2935

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (InCLT7)
X	US 4 408 041 A (HIRAO MAMORU ET AL) 4 octobre 1983 (1983-10-04)	14-17	C07H15/04 A23G3/00
A	* le document en entier *	1,18-20	
X	EP 0 741 140 A (TOWA CHEMICAL IND) 6 novembre 1996 (1996-11-06) exemples	14-17	
X	US 5 583 215 A (KAWASHIMA SHIGERU ET AL) 10 décembre 1996 (1996-12-10) exemples figures	14-17	
X	EP 0 202 165 A (ROQUETTE FRERES) 20 novembre 1986 (1986-11-20) exemples	14-17	
X	EP 0 561 585 A (UENO SEIYAKU OYO KENKYUJO KK) 22 septembre 1993 (1993-09-22) exemples	14-17	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (InCLT7)
			C07H A23G
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 24 juillet 2002	Examinateur de Nooy, A
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X: particulièrement pertinent à lui seul Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A: arrière-plan technologique D: divulgation non-écrite P: document intercalaire</p> <p>T: théorie ou principe à la base de l'invention E: document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D: cité dans la demande L: cité pour d'autres raisons</p> <p>Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications</p> <p>A: membre de la même famille, document correspondant</p>			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 40 2935

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-07-2002

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4408041 A	04-10-1983	JP 1459107 C	28-09-1988
		JP 57134498 A	19-08-1982
		JP 63002439 B	19-01-1988
		AU 548960 B2	09-01-1986
		AU 7757281 A	19-08-1982
		BE 891442 A1	11-06-1982
		CA 1186304 A1	30-04-1985
		DE 3146085 A1	09-09-1982
		FI 813788 A ,B,	13-08-1982
		FR 2499576 A1	13-08-1982
		GB 2097004 A ,B	27-10-1982
		HK 84887 A	20-11-1987
		MY 64587 A	31-12-1987
		SE 452623 B	07-12-1987
		SE 8106884 A	13-08-1982
		SE 457261 B	12-12-1988
		SE 8600756 A	19-02-1986
		SG 35987 G	18-09-1987
		US 4789559 A	06-12-1988
		US 4725387 A	16-02-1988
		US 4717765 A	05-01-1988
		US 4917916 A	17-04-1990
EP 0741140 A	06-11-1996	JP 9019300 A	21-01-1997
		AU 694013 B2	09-07-1998
		AU 5192696 A	14-11-1996
		CN 1148046 A ,B	23-04-1997
		DE 69617088 D1	03-01-2002
		DE 69617088 T2	20-06-2002
		EP 0741140 A1	06-11-1996
		US 5873943 A	23-02-1999
US 5583215 A	10-12-1996	TW 406085 B	21-09-2000
		AU 643528 B2	18-11-1993
		AU 7891991 A	23-01-1992
		CA 2065301 A1	26-12-1991
		DE 69125803 D1	28-05-1997
		DE 69125803 T2	31-07-1997
		EP 0491953 A1	01-07-1992
		FI 109128 B1	31-05-2002
		JP 3166102 B2	14-05-2001
		JP 8280400 A	29-10-1996
		WO 9200309 A1	09-01-1992
		JP 7014953 B	22-02-1995
		KR 9702596 B1	06-03-1997
		US 5354856 A	11-10-1994

EP 01 40 2935

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 40 2935

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-07-2002

Document brevet cité ou rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0202165	A	20-11-1986	FR	2581999 A1	21-11-1986
			DE	3663143 D1	08-06-1989
			EP	0202165 A1	20-11-1986
			JP	1986024 C	08-11-1995
			JP	7000630 B	11-01-1995
			JP	61268696 A	28-11-1986
EP 0561585	A	22-09-1993	CA	2091616 A1	18-09-1993
			DE	69310968 D1	03-07-1997
			DE	69310968 T2	04-09-1997
			EP	0561585 A1	22-09-1993
			JP	3174424 B2	11-06-2001
			JP	6007110 A	18-01-1994
			KR	184016 B1	20-03-1999
			NZ	247157 A	27-04-1994
			US	5304388 A	19-04-1994

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**